

Der im Kolben verbleibende Destillationsrückstand, welcher noch etwas Aether, Aldehyde und Alkohol enthalten kann, wird zur Entfernung derselben auf dem Sandbade gekocht, mit Wasser auf 1 l verdünnt und die Lösung gut gemischt. Je 250 cc werden nun in einem geräumigen Becherglas stark mit Wasser verdünnt und unter kurzem Aufkochen mit einem geringen Ammoniaküberschuss heiss gefällt. Nachdem man die Niederschläge durch zehnmahlige Decantation mit heissem Wasser gewaschen hat, werden dieselben in ein grosses Becherglas zusammengebracht und nochmals mit viel siedendem Wasser übergossen. Den rein gewaschenen Niederschlag giesst man in eine neue grosse, flache Porzellanschale, bringt zur Trockne und erhitzt bei 150—200° C. Das vollständig trockene Eisenoxyd wird in einem Achatmörser gepulvert, im Glasgefäss nochmals bei 120° C. getrocknet und im Exsiccator über Schwefelsäure aufbewahrt.

Das Eisenoxyd wird nicht geglüht, da es sich sonst schwer in Salzsäure oder Schwefelsäure löst. Dagegen muss das im Eisenoxyd noch vorhandene Hydratwasser durch Glühen einer abgewogenen Menge bestimmt werden, wenn man den wirklichen Gehalt an Eisenoxyd und Eisen feststellen will. Um den Titer mittelst Eisenoxyds zu ermitteln, werden mehrere Proben des Eisenoxyds in geschlossenen Glasgefässen abgewogen, in Salzsäure auf dem Sandbade gelöst und die Lösungen mit Zinnchlorür titirt.

Bei der Titerbestimmung einer Permanganatlösung löst man das Eisenoxyd in Schwefelsäure, reducirt mit Zink und titirt in üblicher Weise.<sup>1)</sup>

**Zur Bestimmung des Titans in Titaneisenerzen** hat H. L. Vogt<sup>2)</sup> ein Verfahren angegeben, welches von dem von A. Ledebur vorgeschlagenen etwas abweicht.

Nach Vogt löst man 2,5 g des Erzes in Salzsäure und schliesst den ungelösten Rückstand durch Schmelzen mit Kaliumnatriumcarbonat auf. Die Kieselsäure wird durch Eindampfen mit Salzsäure abgeschieden und nach der Wägung mit Flusssäure und Schwefelsäure verflüchtigt, wobei sich stets ein Titansäure enthaltender Rückstand ergibt. Will man die Kieselsäure nicht bestimmen, so schliesst man von vornherein gleich mit Flusssäure und Salzsäure auf. Bei der vollständigen Analyse fällt man mit Ammoniak unter Zusatz von Brom, filtrirt, glüht den

1) Vergl. auch dieses Heft S. 172.

2) Zeitschrift f. prakt. Geologie 1900, S. 379. — Stahl und Eisen 21, 283.

Filterinhalt schwach und ermittelt durch Wägung die Summe von Eisenoxyd, Thonerde, Manganoxyduloxyd, Phosphorsäure und Titansäure. Man löst die letzteren durch Behandlung mit heisser concentrirter Salzsäure und bringt den beim Verflüchtigen der Kieselsäure verbliebenen Rückstand durch Schmelzen mit Kaliumbisulfat in Lösung. Man neutralisirt die vereinigten Lösungen oder, im Falle nur Titan bestimmt werden soll, die ursprüngliche Lösung genau, setzt einige Tropfen überschüssige Schwefelsäure oder Salzsäure hinzu, reducirt das Eisenoxysalz mit schwefliger Säure, verdünnt stark und kocht mindestens eine Stunde. Die hierbei sich ausscheidende Titansäure ist durch Thonerde, Phosphorsäure und etwas Eisenoxyd verunreinigt. Man filtrirt durch ein doppeltes Filter und behandelt das Filtrat nochmals in gleicher Weise. Die unreine Titansäure schmilzt man mit Natriumcarbonat (nicht Kaliumcarbonat) längere Zeit über dem Gebläse und behandelt die Schmelze mit kaltem Wasser, wobei Thonerde und Phosphorsäure als Aluminate, beziehungsweise Phosphate, in Lösung gehen, während Natriumtitanat ungelöst zurückbleibt. Letzteres wird abfiltrirt, mit kaltem Wasser gewaschen, in Salzsäure gelöst und nach der Neutralisation und nach Zusatz von schwefliger Säure die Titansäure durch Kochen abgeschieden.

**Zur Trennung des Kobalts und Nickels auf elektrolytischem Wege** versetzt D. Balachowsky<sup>1)</sup> die essigsäure Lösung beider Metalle auf je 0,3 g Metall mit 3 g Rhodanammonium, 1 g Harnstoff und 1—2 cc Ammoniak, um die überschüssige Essigsäure zu neutralisiren. Die Lösung, deren Volumen 100 cc betragen soll, wird in einer Classen'schen Schale bei einer Temperatur von 70—80° C. der Einwirkung eines Stromes ausgesetzt, dessen Spannung höchstens 1 Volt und dessen Stromstärke mindestens 0,8 Ampère ND<sup>100</sup> beträgt.

Das Nickel wird hierbei an der Kathode in Verbindung mit Schwefel als Sulfid in einem Zeitraum von etwa 1 $\frac{1}{2}$  Stunden vollständig niedergeschlagen, während das Kobalt erst bei einer Spannung von über 1,2 Volt in gleicher Form abgeschieden wird.

Zur erfolgreichen Trennung ist es absolut erforderlich, dass die Stromstärke 0,8—1,0 Ampère ND<sup>100</sup> beträgt, da sich bereits bei einer geringen Verminderung der Stromstärke, ja schon bei 0,8 Ampère

---

1) Comptes rendus 132, 1492.